

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-201343  
(43)Date of publication of application : 18.07.2003

(51)Int.Cl. C08G 64/30

(21)Application number : 2002-002140 (71)Applicant : TEIJIN LTD  
(22)Date of filing : 09.01.2002 (72)Inventor : MATSUOKA YUKI  
SHIMONARI MASASHI  
SAWAKI TORU  
SASAKI KATSUJI

**(54) METHOD FOR PRODUCING AROMATIC POLYCARBONATE**

**(57)Abstract:**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a method for efficiently producing a polycarbonate of excellent quality by eliminating a difficulty in controlling a mole balance of starting materials used in melt polymerization.

**SOLUTION:** The method for producing an aromatic polycarbonate is one comprising blending and melting a carbonic diester and a pneumatically conveyed powdery aromatic dihydroxy compound under conditions in which the variation width is within at most  $\pm 0.005$  in the range in which the molar ratio of the aromatic dihydroxy compound to the carbonic diester is 1 to (1.00-1.10) and polycondensing the melt in the presence of a transesterification catalyst, wherein the aromatic dihydroxy compound used is one which is in the form of flakes or prills having an angle of repose of 35-50° and shows an increment in an angle of repose of at most 10° after the pneumatic conveying.

**LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (JP)

## (2) 公開特許公報 (A)

(3) 特許出願公開番号

特開2003-201343

(P2003-201343A)

(4) 公開日 平成15年7月18日 (2003.7.18)

(5) IntCl

C 08 G 64/30

識別記号

P 1

チ-コード (参考)

C 08 G 64/30

4 J 0 3 9

審査請求 未請求 請求項の数 7 O.L. (全 10 頁)

(20) 出願番号 特願2002-2140 (P2002-2140)

(22) 出願日 平成14年1月8日 (2002.1.9)

(71) 出願人 0000000001

帝人株式会社

大阪府大阪市中央区南本町1丁目6番7号

(72) 発明者 松岡 由紀

山口県岩国市日の出町2番1号 帝人株式会社岩国研究センター内

(72) 発明者 下城 正志

山口県岩国市日の出町2番1号 帝人株式会社岩国研究センター内

(74) 代理人 100077202

弁理士 鈴田 純博

最終頁に続く

(54) 【発明の名稱】 芳香族ポリカーボネートの製造方法

## (57) 【要約】

【課題】 溶融重合における原料モルバランス管理の困難さを解消し、品質の優れたポリカーボネートを効率良く得るための製造方法を提供することである。

【解決手段】 塩酸ジエステルとニューマチック輸送された粉体状の芳香族ジヒドロキシ化合物と、塩酸ジエステルに対する芳香族ジヒドロキシ化合物のモル比を1対1.00～1.10の範囲で変動幅を±0.10%以下に維持して混合溶解し、次いで、エステル交換触媒の存在下に溶融重合して芳香族ポリカーボネートを製造する方法において、フレーク又はブリルの形状を有する安息角35°～50°の芳香族ジヒドロキシ化合物をニューマチック輸送した後の安息角の増加が10°以下である芳香族ジヒドロキシ化合物を使用する芳香族ポリカーボネートの製造方法を提供する。

## 〔特許請求の範囲〕

〔請求項1〕 塩酸ジエステルとニューマチック輸送された粉体状の芳香族ジヒドロキシ化合物とを、塩酸ジエステルに対する芳香族ジヒドロキシ化合物のモル比を1対1、0.0～1、10の範囲で交換幅を±0.005以下に維持して混合溶解し、次いで、エステル交換触媒の存在下に溶融重結合して芳香族ポリカーボネートを製造する方法において、フレーク又はブリルの形状を有する安息角35°～50°の芳香族ジヒドロキシ化合物をニューマチック輸送した後の安息角の増加が10°以下である芳香族ジヒドロキシ化合物を使用する事を特徴とする芳香族ポリカーボネートの製造方法。

〔請求項2〕 塩酸ジエステルとニューマチック輸送された粉体状の芳香族ジヒドロキシ化合物とを、塩酸ジエステルに対する芳香族ジヒドロキシ化合物のモル比を1対1、0.0～1、10の範囲で交換幅を±0.005以下に維持して混合溶解し、次いで、エステル交換触媒の存在下に溶融重結合して芳香族ポリカーボネートを製造する方法において、粉体の芳香族ジヒドロキシ化合物としてニューマチック輸送した後の帶電量が100飞ボルト以下の芳香族ジヒドロキシ化合物を使用する事を特徴とする芳香族ポリカーボネートの製造方法。

〔請求項3〕 粉体の芳香族ジヒドロキシ化合物をニューマチック輸送する配管内における、芳香族ジヒドロキシ化合物の速度をA (m/s)、輸送媒体である不活性気体の速度をB (kg/h)とした場合、下式

$$1.1 \leq A/B \leq 3 \quad (1)$$

の関係が成立する条件でニューマチック輸送した芳香族ジヒドロキシ化合物を使用することを特徴とする請求項1または2に記載の芳香族ポリカーボネートの製造方法。

〔請求項4〕 粉体の芳香族ジヒドロキシ化合物をニューマチック輸送するための輸送媒体である不活性気体の風速が、芳香族ジヒドロキシ化合物の混入部において10m/s以上、40m/s以下であることを特徴とする請求項1～3のいずれか1項に記載の芳香族ポリカーボネートの製造方法。

〔請求項5〕 粉体の芳香族ジヒドロキシ化合物をニューマチック輸送するための輸送媒体である不活性気体の露点が、-1°C以下であることを特徴とする請求項1～4のいずれか1項に記載の芳香族ポリカーボネートの製造方法。

〔請求項6〕 粉体の芳香族ジヒドロキシ化合物をニューマチック輸送するための輸送媒体である不活性気体の中の酸素濃度を、3%以下とすることを特徴とする請求項1～5のいずれか1項に記載の芳香族ポリカーボネートの製造方法。

〔請求項7〕 粉体の芳香族ジヒドロキシ化合物をニューマチック輸送するための輸送媒体である不活性気体の

0.5μm以上の異物含有量が10000個/m<sup>3</sup>以下であることを特徴とする請求項1～6のいずれか1項に記載の芳香族ポリカーボネートの製造方法。

## 〔発明の詳細な説明〕

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明はポリカーボネート樹脂の製造方法に関するものである。また、本発明は、良好な品質を有するポリカーボネートを溶融重結合で安価且つ経済的に製造する方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】芳香族ポリカーボネート樹脂は、耐衝撃性など機械的特性に優れ、しかも耐熱性、透明性などにも優れており、成形材料として広く用いられている。このような芳香族ポリカーボネート樹脂の製造方法としては、ビスフェノールなどの芳香族ジヒドロキシ化合物とホスゲンとを直接反応させる方法(界面法)、あるいはビスフェノールなどの芳香族ジヒドロキシ化合物とジフェニルカーボネートなどの塩酸ジエステルとをエステル交換反応(溶融法)させる方法が知られている。このような製造方法のうち、芳香族ジヒドロキシ化合物と塩酸ジエステルとのエステル交換反応によってポリカーボネートを製造する方法は、有害なホスゲンやメチレンクロライドを使用しない為、環境に優しい方法であり、また、コスト的にも界面法を凌駕する可能性が指摘され注目されている。しかしながら溶融法で得られるポリカーボネートの品質は、その厳しい反応条件等により色相や分岐、ゲル等の面において界面法に及ばないと富む問題を有しており、その解決の為に様々な検討があされてきた。その過程で溶融法に使用する2種類の原料である芳香族ジヒドロキシ化合物と塩酸ジエステルのモルバランスを厳密に管理する事が一つの有効な方法である事が明らかにされた。しかし実際にモルバランスを厳密に管理する事は困難であり、この実現の為に多大な労力を必要としていた。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】溶融法において厳密に原料のモルバランスを管理する事によって優れた品質のポリカーボネートを得る事が出来る原因は2種類の原料の末端基が関与したエステル交換反応によって重合が進行する為、両者の濃度が一致した場合重合速度が高まり、結果として厳しい重合条件にさらされる時間(熱暴露)が短くなる為と考えられる。熱暴露濃度は重合の進行と共に減少し、且つ、重合条件は重合の進行と共に厳しくなるのが一般的である為、熱暴露が減少した状態において、なおも適正な末端のモルバランスを維持する事が重要であり、この為に厳密なモルバランスの管理が求められる。

## 【0004】特に近年、ポリカーボネートはDVD、M

MO、CD-Rなどの高密度、高精度が必要な光学製品に使用されており、この場合、ポリカーボネートの着色

や分岐・グルは直線的に最終製品のブロックエラーレー<sup>ト</sup>などの光学特性および引張り、曲げ、韌性などの機械特性に大きな影響を及ぼすため、この問題を避ける為に原料モルバランス管理の重要性は増大してきている。

【0005】一方、原料として使用する芳香族ジヒドロキシ化合物は融点が高く溶融状態における安定性が乏しいものが多い為、粉体によるハンドリングが好ましく使用されるが、粉体の輸送、計量は液体のそれに比較して困難である。

【0006】これらがあいまって、溶融混合における原料モルバランス管理の困難さを増大させていると考えられる。従って、本発明の目的は、上記従来技術の問題点を改善し、品質の優れたポリカーボネートを効率良く得るための製造方法を提供することである。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明は以下のとおりである。

1. 炭酸ジエステルとニューマチック輸送された粉体状の芳香族ジヒドロキシ化合物と、炭酸ジエステルに対する芳香族ジヒドロキシ化合物のモル比を1対1.0り～1.10の範囲で変動幅を±0.005以下に維持して混合溶解し、次いで、エステル交換触媒の存在下に溶融共重合して芳香族ポリカーボネートを製造する方法において、フレーク又はパリルの形状を有する安息角35°～50°の芳香族ジヒドロキシ化合物をニューマチック輸送した後の安息角の増加が10°以下である芳香族ジヒドロキシ化合物を使用する事を特徴とする芳香族ポリカーボネートの製造方法であり

2. 炭酸ジエステルとニューマチック輸送された粉体状の芳香族ジヒドロキシ化合物と、炭酸ジエステルに対する芳香族ジヒドロキシ化合物のモル比を1対1.00～1.10の範囲で変動幅を±0.005以下に維持して混合溶解し、次いで、エステル交換触媒の存在下に溶融共重合して芳香族ポリカーボネートを製造する方法において、粉体の芳香族ジヒドロキシ化合物としてニューマチック輸送した後の堆積量が1.00キロト以下の芳香族ジヒドロキシ化合物を使用する事を特徴とする芳香族ポリカーボネートの製造方法であり、

3. 粉体の芳香族ジヒドロキシ化合物をニューマチック輸送する配管内における、芳香族ジヒドロキシ化合物の速度をA(ミクロン/セカンド)、輸送媒体である不活性気体の速度をB(ミクロン/セカンド)とした場合、下式(1)

1.5キロ/日±3 (1)

の関係が成立する条件でニューマチック輸送した芳香族ジヒドロキシ化合物を使用することを特徴とする上記1～2に記載の芳香族ポリカーボネートの製造方法であり、

4. 粉体の芳香族ジヒドロキシ化合物をニューマチック輸送するための輸送媒体である不活性気体の速度が、芳香族ジヒドロキシ化合物の混入部において1.0m/s以

上、4.0m/s以下であることを特徴とする上記1～3に記載の芳香族ポリカーボネートの製造方法であり、

5. 粉体の芳香族ジヒドロキシ化合物をニューマチック輸送するための輸送媒体である不活性気体の露点を、-1°C以下とすることを特徴とする上記1～4に記載の芳香族ポリカーボネートの製造方法であり、

6. 粉体の芳香族ジヒドロキシ化合物をニューマチック輸送するための輸送媒体である不活性気体の中の酸素濃度を、3%以下とすることを特徴とする上記1～5に記載の芳香族ポリカーボネートの製造方法であり、

7. 粉体の芳香族ジヒドロキシ化合物をニューマチック輸送するための輸送媒体である不活性気体のO<sub>2</sub>5μm以上の中の異物含有量が10000個/m<sup>3</sup>以下であることを特徴とする上記1～6に記載の芳香族ポリカーボネートの製造方法である。

【0008】本発明で用いられる芳香族ジヒドロキシ化合物としては例えば、ビス(4-ヒドロキシフェニル)メタン、2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン、2,2-ビス(4-ヒドロキシ-3-メチルフェニル)プロパン、4,4-ビス(4-ヒドロキシフェニル)ヘプタン、2,2-ビス(4-ヒドロキシ-3,5-ジクロロフェニル)プロパン、2,2-ビス(4-ヒドロキシ-3,5-ジプロモフェニル)プロパン、ビス(4-ヒドロキシフェニル)オキサイド、ビス(3,5-ジクロロ-4-ヒドロキシフェニル)オキサイド、D,D'-ジヒドロキシジフェニル、3,3'-ジクロロ-4,4'-ジヒドロキシジフェニル、ビス(ヒドロキシフェニル)スルホン、レグルシノール、ハイドロキノン、1,4-ジヒドロキシ-2,5-ジクロロベンゼン、1,1,4-ジヒドロキシ-3-メチルベンゼン、ビス(4-ヒドロキシフェニル)スルフィド、セス(4-ヒドロキシフェニル)スルホキシド等が挙げられるが、特

に2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパンが好ましい。

【0009】本発明に用いられる炭酸ジエステルとしては、例えばジフェニルカーボネート、ジトリールカーボネート、ビス(クロロフェニル)カーボネート、ジ-クレジルカーボネート、ジアツルカーボネート、ビス(ジフェニル)カーボネート、ジメチルカーボネート、ジエチルカーボネート、ジブチルカーボネート、ジシクロヘキシルカーボネートなどが用いられる。これらのうち特にジフェニルカーボネートが好ましい。

【0010】本発明に用いられる触媒は特に限定されないが、塩基性塗料化合物をアルカリ金属化合物および/またはアルカリ土類金属化合物とよりなるエステル交換触媒を使用することができる。

【0011】本発明で使用されるアルカリ金属および/またはアルカリ土類金属化合物についても、得られる芳香族ポリカーボネートの色相を低下させるものでなければ特に制限はなく種々の公知のものを使用することが

できる。

【0012】触媒として用いられるアルカリ金属化合物としては、例えばアルカリ金属の水酸化物、炭酸水素化物、炭酸塩、酢酸塩、硝酸塩、亜硝酸塩、亜硫酸塩、シアン酸塩、チオシアン酸塩、ステアリン酸塩、水素化ホウ素塩、安息香酸塩、リン酸水素化物、ビスフェノール、フェノールの塩等が挙げられる。

【0013】具体例としては、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化リチウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸水素カリウム、炭酸水素リチウム、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、炭酸リチウム、酢酸ナトリウム、酢酸カリウム、酢酸リチウム、硝酸ナトリウム、硝酸カリウム、硝酸リチウム、硫酸ナトリウム、硫酸カリウム、硫酸リチウム、硫酸酸ナトリウム、硫酸酸カリウム、硫酸酸リチウム、硫酸酸ナトリウム、硫酸酸カリウム、硫酸酸カリウム、チオシアン酸ナトリウム、チオシアン酸カリウム、チオシアン酸リチウム、ステアリン酸ナトリウム、ステアリン酸カリウム、ステアリン酸リチウム、水素化ホウ素ナトリウム、水素化ホウ素カリウム、水素化ホウ素リチウム、フェニル化ホウ酸ナトリウム、安息香酸ナトリウム、安息香酸カリウム、安息香酸リチウム、リン酸水素ジナトリウム、リン酸水素ジカリウム、リン酸水素ジリチウム、ビスフェノールAのジナトリウム塩、ジカリウム塩、リチウム塩、フェノールのナトリウム塩、カリウム塩、リチウム塩などが挙げられる。

【0014】触媒として用いられるアルカリ土類金属化合物としては、例えばアルカリ土類金属の水酸化物、炭酸水素化物、炭酸塩、酢酸塩、硝酸塩、酢硝酸塩、亜硫酸塩、シアン酸塩、チオシアン酸塩、ステアリン酸塩、安息香酸塩、ビスフェノール、フェノールの塩等が挙げられる。

【0015】具体例としては、水酸化カルシウム、水酸化バリウム、水酸化ストロンチウム、炭酸水素カルシウム、炭酸水素バリウム、炭酸水素ストロンチウム、炭酸カルシウム、炭酸バリウム、炭酸ストロンチウム、酢酸カルシウム、酢酸バリウム、酢酸ストロンチウム、硝酸カルシウム、硝酸バリウム、硝酸ストロンチウム、亜硝酸カルシウム、亜硝酸バリウム、亜硝酸ストロンチウム、シアン酸カルシウム、シアン酸バリウム、シアン酸ストロンチウム、チオシアン酸カルシウム、チオシアン酸バリウム、チオシアン酸ストロンチウム、ステアリン酸カルシウム、ステアリン酸バリウム、ステアリン酸ストロンチウム、水素化ホウ素カルシウム、水素化ホウ素バリウム、水素化ホウ素ストロンチウム、安息香酸カルシウム、安息香酸バリウム、安息香酸ストロンチウム、ビスフェノールAのカルシウム塩、バリウム塩、ストロンチウム塩、フェノールのカルシウム塩、バリウム塩、ストロンチウム塩などが挙げられる。

【0016】本願発明においては所望により、触媒のアルカリ金属化合物として、(a) 周期律表第14族元素のアート錯体のアルカリ金属塩または(b) 周期律表第14族元素のオキソ酸のアルカリ金属塩を用いることができる。ここで周期律表第14族の元素とは、ケイ素、ゲルマニウム、スズのことをいう。

【0017】(a) 周期率表第14族元素のアート錯体のアルカリ金属塩としては、特開平7-268091号公報に記載のものをいうが、具体的には、ゲルマニウム(Ge)の化合物:  $\text{NaGe}(\text{OMe})_3$ 、 $\text{NaGe}(\text{OEt})_3$ 、 $\text{NaGe}(\text{OPr})_3$ 、 $\text{NaGe}(\text{OBu})_3$ 、 $\text{NaGe}(\text{OPh})_3$ 、 $\text{LiGe}(\text{OMe})_3$ 、 $\text{LiGe}(\text{OBu})_3$ 、 $\text{LiGe}(\text{OPh})_3$ を挙げることができる。

【0018】スズ(Sn)の化合物としては、 $\text{NaSn}(\text{OMe})_3$ 、 $\text{NaSn}(\text{OMe})_2(\text{OEt})$ 、 $\text{NaSn}(\text{OPr})_3$ 、 $\text{NaSn}(\text{O}-\text{n}-\text{C}_6\text{H}_5)_3$ 、 $\text{NaSn}(\text{OMe})_2$ 、 $\text{NaSn}(\text{OEt})_2$ 、 $\text{NaSn}(\text{OBu})_2$ 、 $\text{NaSn}(\text{O}-\text{n}-\text{C}_6\text{H}_5)_2$ 、 $\text{NaSn}(\text{OEt})_2$ 、 $\text{NaSn}(\text{OPh})_2$ 、 $\text{NaSnBu}_2(\text{OMe})_2$ を挙げることができる。

【0019】また(b) 周期律表第14族元素のオキソ酸のアルカリ金属塩としては、例えばケイ酸(silicic acid)のアルカリ金属塩、スズ酸(stannic acid)のアルカリ金属塩、ゲルマニウム(II)酸(germanous acid)のアルカリ金属塩、ゲルマニウム(IV)酸(germanic acid)のアルカリ金属塩を好ましいものとして挙げることができる。

【0020】ケイ酸のアルカリ金属塩は、例えばモノケイ酸(monosilicic acid)またはその縮合体の酸性あるいは中性アルカリ金属塩であり、その例としては、オルトケイ酸モノナトリウム、オルトケイ酸ジナトリウム、オルトケイ酸トリナトリウム、オルトケイ酸テトラナトリウムを挙げることができる。

【0021】スズ酸のアルカリ金属塩は、例えばモノスズ酸(monostannic acid)またはその縮合体の酸性あるいは中性アルカリ金属塩であり、その例としてはモノスズ酸ジナトリウム塩( $\text{Na}_2\text{SnO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ ,  $x=0\sim 1$ )、モノスズ酸テトラナトリウム塩( $\text{Na}_4\text{SnO}_4$ )を挙げることができる。

【0022】ゲルマニウム(II)酸(germanous acid)のアルカリ金属塩は、例えばモノゲルマニウム酸またはその縮合体の酸性あるいは中性アルカリ金属塩であり、その例としてはゲルマニウム酸モノナトリウム塩( $\text{NaHGeO}_2$ )を挙げることができる。

【0023】ゲルマニウム(IV)酸(germanic acid)のアルカリ金属塩は、例えばモノゲルマニウム(IV)酸またはその縮合体の酸性あるいは中性アルカリ金属塩であり、その例としてはオルトゲルマニ

ウム酸モノリチウム酸 ( $\text{LiH}_2\text{GeO}_4$ ) オルトグルマニウム酸ジナトリウム塩、オルトグルマニウム酸テトラナトリウム塩、ジグルマニウム酸ジナトリウム塩 ( $\text{Na}_2\text{Ge}_2\text{O}_5$ )、テトラグルマニウム酸ジナトリウム塩 ( $\text{Na}_4\text{Ge}_4\text{O}_8$ )、ペントグルマニウム酸ジナトリウム塩 ( $\text{Na}_5\text{Ge}_5\text{O}_{10}$ ) を挙げることができる。

【0024】触媒としてのアルカリ金属化合物またはアルカリ土類金属化合物は、当該触媒中のアルカリ金属元素またはアルカリ土類金属元素が芳香族ジオール化合物 1 モル当たり  $1 \times 10^{-3}$  ~  $5 \times 10^{-1}$  当量となる場合で好ましく使用される。より好ましい割合は同じ基準に対し  $5 \times 10^{-2}$  ~  $1 \times 10^{-1}$  当量となる割合である。

【0026】当該触媒中のアルカリ金属元素量またはアルカリ土類金属元素量が芳香族ジオール化合物 1 モル当たり  $1 \times 10^{-3}$  ~  $5 \times 10^{-1}$  当量の範囲を逸脱すると、得られる芳香族ポリカーボネートの諸物性に悪影響を及ぼし、また、エステル交換反応が充分に進行せず高分子量の芳香族ポリカーボネートが得られない等の問題があり好ましくない。

【0026】また、触媒としての含窒素塩基性化合物としては、例えばテトラメチルアンモニウムヒドロキシド ( $\text{Me}_4\text{NOH}$ )、テトラエチルアンモニウムヒドロキシド ( $\text{Et}_4\text{NOH}$ )、テトラブチルアンモニウムヒドロキシド ( $\text{Bu}_4\text{NOH}$ )、ベンジルトリメチルアンモニウムヒドロキシド ( $\text{Bu}_3\text{NCH}_2\text{Me}_3\text{NOH}$ )、ヘキサデシルトリメチルアンモニウムヒドロキシドなどのアルキル、アリール、アルキルアリール基などを有するアンモニウムヒドロオキシド類、トリエチルアミン、トリブチルアミン、ジメチルベンジルアミン、ヘキサデシルジメチルアミンなどの 3 級アミン類、あるいはテトラメチルアンモニウムポロハイドライド ( $\text{Me}_4\text{NBP}_2\text{H}_2$ )、テトラブチルアンモニウムホロハイドライド ( $\text{Bu}_4\text{NBP}_2\text{H}_2$ )、テトラブチルアンモニウムテトラフェニルホレート ( $\text{Me}_4\text{NBP}_2\text{C}_6\text{H}_5_4$ )、テトラブチルアンモニウムテトラフェニルボレート ( $\text{Bu}_4\text{NBP}_2\text{C}_6\text{H}_5_4$ ) などの塩基性塩を挙げることができる。

【0027】上記含窒素塩基性化合物は、含窒素塩基性化合物中のアンモニウム塩素原子が芳香族ジオール化合物 1 モル当たり  $1 \times 10^{-3}$  ~  $5 \times 10^{-1}$  当量となる割合で用いるのが好ましい。より好ましい割合は同じ基準に対し  $5 \times 10^{-2}$  ~  $1 \times 10^{-1}$  当量となる割合である。特に好ましい割合は同じ基準に対し  $5 \times 10^{-1}$  ~  $5 \times 10^{-1}$  当量となる割合である。

【0028】なお、本発明細書において、付込み芳香族ジオール化合物（芳香族ジヒドロキシ化合物ともいう）に対するアルカリ金属化合物、アルカリ土類金属化合物、含窒素塩基性化合物の割合を、「芳香族ジヒドロキシ化合物 1 モルに対し金額または塩基性塩素として  $\text{W}$  (数値) 当量の  $\text{Z}$  (化合物名) 塩」として表現したが、これは、例えば、 $\text{Z}$  がナトリウムフェノキシドや  $\text{Z}$ 、 $\text{Z}$

ービス (4-ヒドロキシフェニル) プロパンモノナトリウム塩のようにナトリウム原子が一つであり、またはトリエチルアミンのように塩基性塩素が一つであれば、 $\text{Z}$  の量が  $\text{W}$  モルに相当する量であることを意味し、 $\text{Z}$ 、 $\text{Z}$  ヒドロキシフェニル) プロパンジナトリウム塩のように二つであれば、 $\text{W}/2$  モルに相当する量であることを意味する。

【0029】本発明の重縮合反応には、上記触媒と一緒に、必要により、周期律表第 14 族元素のオキソ酸および同元素の酸化物よりなる群から選ばれる少なくとも 1 種の助触媒を共存させることができる。

【0030】これら助触媒を特定の割合で用いることにより、末端の封鎖反応、重縮合反応速度を損なうことなく、重縮合反応中に生成し易い分岐反応や、成形加工時ににおける装置内での副物の生成、やけといった好ましくない副反応をより効果的に抑制することができる。

【0031】本発明において、芳香族ジヒドロキシ化合物と炭酸ジエステルをエステル交換させる温度及び圧力は特に制限が無く、反応が開始し、且つ、反応で生成したモノヒドロキシ化合物が反応系外に速やかに除去される温度及び圧力であれば如何なる条件でも良いが、150°C ~ 200°C の温度及び 300 Torr ~ 1000 Torr の圧力で反応を開始した後、反応の進行に伴うポリカーボネートの分子量の増大に従って反応温度を高め、反応圧力を低下させ、最終的には 270 ~ 350°C の温度及び 1 Torr 以下の圧力で反応を実施する事が一般的である。

【0032】本発明を実施する設備形態は特に制限が無く、固分式でも連続式でも実施する事が出来る。固分式で実施する場合は、通常 2 基の反応器を直列に設置し、前者に精留塔を設置した攪拌槽を使用し、後者に精留塔を設置しない攪拌槽を使用し異なる条件で反応を実施する。この場合前者をバルブを備えた配管で接続し、外気に触れる事無く前者の反応物を後者に移送し、後者で所望の重合度まで反応を実施する事が好ましい。

【0033】連続式で実施する場合は通常 2 基以上の反応器を直列に設置し、隣接する反応器をバルブを備えた配管で接続し、必要に応じて反応液を移送する為のポンプを備えた設備を用い、各々の反応器を異なる条件で維持しつつ最初の反応器に原料と触媒を連続的に供給し、最後の反応器から所望の重合度のポリカーボネートを連続的に抜き出す事により実施される。

【0034】本発明において、使用する芳香族ジヒドロキシ化合物に対する炭酸ジエステルのモル比は 1、0 ~ 1、1 の範囲が好ましい。

【0035】本発明者らの検討によると、上記範囲から選択したモル比を精度良く維持する事が、良好な品質を有するポリカーボネートの製造の為に極めて重要である事が解った。即ち、本発明の目的を達成する為には、該モル比の变动幅を  $\pm 0.01$  以内に、好ましくは  $\pm$

0.003以内に維持することが必要である。

【0036】モル比設定精度を向上させる事によって、色相を始めとするポリマーの品質が向上する理由はさだかではないが、原料モル比が重合速度に大きな影響を及ぼす事から、モル比精度を高める事により過度な反応条件、例えば、重合反応時間を長くしたり、重合反応温度を高くしたり、重合触媒量を多くするといったポリマー品質を低下させるような条件を避けることが出来、品質の向上に繋がるものと考えられる。

【0037】本発明者らの検討によると、これらの目標を達成するためには通常使用される高精度な計量システムを用いるだけでは不十分である事が解った。即ち、融液の熱安定性に優れる炭酸ジエステルは多くの場合、液状で計量が実施され、例えば、高精度の流量計を用いた使用量の管理が用いられる。また、熱安定性に劣る芳香族ジヒドロキシ化合物の計量はニューマチック輸送した後、粉体の状態で実施される場合が多く、例えば、周囲から重量を絶縁された計量槽に粉体の芳香族ジヒドロキシ化合物を受け入れ、これをスクリューフィーダーなどを使用して払い出しつつその重量をロードセルなどで計量する事によって実施される。これらの計量システムはそれ自体では誤差0.5%以内の充分な計量精度を有する事が知られているが、この様な高精度な計量設備を使用しても上記の厳密なモルバランスを実現することは困難である。

【0038】即ち、ニューマチック輸送の過程では芳香族ジヒドロキシ化合物は配管壁面への衝突や、粉体相互のぶつかりで粉砕を繰り返しており、このため多くの微粉を含んでいる。これらの微粉は、計量システムにおいて計量された後、炭酸ジエステルとの混合溶解槽へ移送される配管の壁面に付着することで、計量した重量と実際に炭酸ジエステルとの混合溶解槽へ払い出された量との間に誤差を生じさせるのであり、更には、配管壁面に付着した芳香族ジヒドロキシ化合物の微粉は付着の度合いを増して行き、終局的には配管閉塞という生産システム全体に重大な影響を及ぼすことにもなり得るのである。

【0039】なお、本願において芳香族ジヒドロキシ化合物の微粉とは、直徑2.50μm以下の粒子を指す。

【0040】本発明の第1の芳香族ポリカーボネートの製造方法は、フレーク又はブリルの形状を有する安息角35°～50°の芳香族ジヒドロキシ化合物をニューマチック輸送して得られた、ニューマチック輸送による安息角の増加が10°以下である粉体状の芳香族ジヒドロキシ化合物を使用することで表される。本発明の第1の対応ではニューマチック輸送による安息角の増加が6°以下であるものを使用することが更に好ましく規定される。

【0041】本願発明者らの検討によると、芳香族ジヒドロキシ化合物のニューマチック輸送後における粉体中

の微粉量は、芳香族ジヒドロキシ化合物のニューマチック輸送後における安息角の増加量が増すに連れて増加傾向を示すことが判明し、芳香族ジヒドロキシ化合物のニューマチック輸送後における安息角の増加量が11°以上のものを用いた場合は、本願掲示の厳密なモルバランスを達成することは極めて困難となる。

【0042】なお、本願において芳香族ジヒドロキシ化合物の安息角とは、標準籠を振動させ、サンプルをロートを通じ、注入法によって測定したものである。

【0043】また、本発明の第2の芳香族ポリカーボネートの製造方法は、粉体の芳香族ジヒドロキシ化合物をニューマチック輸送した後の帶電量が100kボルト以下の芳香族ジヒドロキシ化合物を使用する事で規定される。この第2の対応においては、帶電量が30kボルト以下の芳香族ジヒドロキシ化合物を使用する事が更に好ましく規定される。

【0044】即ち、ニューマチック輸送した芳香族ジヒドロキシ化合物が、一定以上の帶電を有する場合、芳香族ジヒドロキシ化合物の微粉が芳香族ジヒドロキシ化合物を計量システムから混合溶解槽へ移送する配管の壁面に直接あるいは既に付着した芳香族ジヒドロキシ化合物を介して静電付着する現象が見られ、これによって、同配管壁面への芳香族ジヒドロキシ化合物の付着が増幅され、本願掲示の厳密なモルバランスを達成することが更に困難となる。

【0045】本発明は、このような特徴を有する芳香族ジヒドロキシ化合物の粉体の製造方法特に制限を受けるものではないが、次の条件で芳香族ジヒドロキシ化合物をニューマチック輸送する事により、上述の特徴を持つ芳香族ジヒドロキシ化合物を好ましく得ることが出来る。

【0046】本発明において、ニューマチック輸送を行う前の芳香族ジヒドロキシ化合物はフレーク又はブリルの形状を有し、その安息角が35°～50°のものが好ましい。このような芳香族ジヒドロキシ化合物を用いる事により、安定にニューマチック輸送を行う事が可能となる。

【0047】本発明において、上述の芳香族ジヒドロキシ化合物をニューマチック輸送する際に、配管内における芳香族ジヒドロキシ化合物の速度をA(km/h)、輸送媒体である不活性気体の速度をB(m/s/h)とした場合、下式(1)

$$1.5 \geq A/B \geq 3 \quad (1)$$

の関係が成立する条件で、より好ましくは1.5 ≥ A/B ≥ 3の関係が成立する条件でニューマチック輸送を行うことが重要である。なお、本願においては、芳香族ジヒドロキシ化合物の速度A(km/h)を、輸送媒体である不活性気体の速度B(m/s/h)で除したもの、を以下ニューマチック輸送における混合比と称する。

【0048】本願発明者らの検討において、芳香族ジヒ

ドロキシ化合物をニューマチック輸送する際に、ニューマチック輸送における混合比を徐々に上げてゆくとニューマチック輸送後の芳香族ジヒドロキシ化合物中の微粉量が減少傾向を示し、安息角の増加が抑えられ、帶電量も減少する現象が判明したのである。

【0048】この原因は遠かではないが、輸送媒体である不活性気体中の芳香族ジヒドロキシ化合物密度が高くなると、芳香族ジヒドロキシ化合物粉体の自由度が制限されるため、芳香族ジヒドロキシ化合物粉体間は静的な状態となり、粉体相互のぶつかりによる粉碎が減少することと、ニューマチック輸送後の芳香族ジヒドロキシ化合物中の微粉量が減少し、安息角の増加が抑えられ、帶電量も減少するものと考えられる。

【0050】また、本発明において、粉体の芳香族ジヒドロキシ化合物をニューマチック輸送するための媒体である不活性気体の輸送配管内の風速が、芳香族ジヒドロキシ化合物の流入部において10m/S以上、40m/S以下であることが極めて重要であり、さらには好ましくは10m/S以上、20m/S以下である。

【0051】即ち、粉体の芳香族ジヒドロキシ化合物をニューマチック輸送するための輸送媒体である不活性気体の配管内風速が遅くなると、同時に芳香族ジヒドロキシ化合物の移動速度も低下し、輸送配管曲折部の内部への衝突速度も低下することで、芳香族ジヒドロキシ化合物の粉碎度合いが低減され、その結果ニューマチック輸送後の芳香族ジヒドロキシ化合物中の微粉量が減少し、安息角の増加が抑えられ、帶電量も減少するものと考えられる。しかし、本発明の範囲を超えて不活性気体の配管内風速を遅くすると、芳香族ジヒドロキシ化合物の沈降が起り、輸送不良を生じる為に好ましくない。

【0052】本発明において、粉体の芳香族ジヒドロキシ化合物をニューマチック輸送するための輸送媒体である不活性気体の露点を、-1°C以下とすることが重要であり、さらには好ましくは-3.0°C以下とすることである。

【0053】ニューマチック輸送された芳香族ジヒドロキシ化合物が計量システムにおいて計量された後、炭酸ジエチルとの混合池臘槽へ移送される際に、該移送配管の壁面に芳香族ジヒドロキシ化合物の微粉が付着する原因には、静電付着の他に粘性による付着が考えられる。

【0054】本発明者らの検討によると、水分を帯びた芳香族ジヒドロキシ化合物の微粉は粘性を持つ事が明らかになっており、この知見に基づき、粉体の芳香族ジヒドロキシ化合物をニューマチック輸送するための輸送媒体である不活性気体の露点を下げることで、微粉の粘性を取り除くことに成功したのである。

【0055】本発明において、粉体の芳香族ジヒドロキシ化合物をニューマチック輸送するための輸送媒体である不活性気体の中の酸素濃度を、2%以下とすることが

重要であり、さらには好ましくは1%以下にすることが重要である。

【0056】芳香族ジヒドロキシ化合物を取り扱う場合、通常その輸送雰囲気は、粉塵爆発の防止のために不活性気体の中の酸素濃度を5%以下にして行われている。

【0057】しかしながら、不活性気体の中の酸素濃度を、5%以下に保って取り扱った場合においても、ポリマーの色相が悪化すると言う問題が生じ、鋸歯研究の結果、不活性気体の中の酸素濃度を更に低下させることで、ポリマーの色相を良化させることに成功したのである。

【0058】この理由は遠かではないが、不活性気体中に残存する酸素によって芳香族ジヒドロキシ化合物が酸化、変色し、このためポリマーの色相を悪化させているのもと考えられる。

【0059】また、本発明において、粉体の芳香族ジヒドロキシ化合物をニューマチック輸送するための輸送媒体である不活性気体の0.1~5μm以上の異物含有量が10000個/m<sup>3</sup>以下であることが重要であり、さらには好ましくは、0.1~5μm以上の異物含有量が100個/m<sup>3</sup>以下にする事が重要である。従来、このような微小な異物は溶融した原料や混合して得られた反応物中に存在する事が解っていたが、大量の繊維を0.1~5μm以下の目開きを有する精密なフィルターで滤過する事は圧力損失の観点などで困難であり、特別な対策は行われていないのが現状であった。

【0060】しかし、本発明者らは、ニューマチック輸送に使用する不活性気体を0.1~5μm以下の目開きを有する精密なフィルターで滤過し、0.1~5μm以上の異物含有量を減少させ、このような不活性気体を使用してニューマチック輸送した芳香族ジヒドロキシ化合物を使用することにより、溶融した原料や混合して得られた反応物中に存在する0.1~5μm以上の微小な異物が大幅に減少することを発出した。

【0061】この原因は遠かではないが、ニューマチック輸送において芳香族ジヒドロキシ化合物は不活性ガスに均一に分散した状態になり、輸送過程での帶電などと相まって、不活性ガスに含まれる微小異物が芳香族ジヒドロキシ化合物に吸着されやすくなる。その結果、輸送された芳香族ジヒドロキシ化合物を溶融した原料や混合して得られた反応物中に存在する、5μm以上の微小な異物の量に大きな影響を及ぼすものと考えられる。

【0062】本発明においては上記方法で得られたポリカーボネートをペント式2軸ルーラーを用いて、触媒失活剤の添加処理及び脱揮発処理を行う事が出来る。この際に、ポリカーボネートを混合機から直接溶融状態でルーラーに供給しても良く、一旦冷却・ペレット化してルーラーに供給しても良い。

【0063】本発明に使用する失活剤としては、公知の

失活剤が有効に使用されるが、この中でもスルホン酸のアンモニウム塩、ホスホニウム塩が好ましく、更にドデシルベンゼンスルホン酸チラブチルホスホニウム塩等のドデシルベンゼンスルホン酸の上記塩類やパラトルエンスルホン酸チラブチルアンモニウム塩等のパラトルエンスルホン酸の上記塩類が好ましい。またスルホン酸のエスチルとしてベンゼンスルホン酸メチル、ベンゼンスルホン酸エチル、ベンゼンスルホン酸ブチル、ベンゼンスルホン酸オクチル、ベンゼンスルホン酸フェニル、パラトルエンスルホン酸メチル、パラトルエンスルホン酸エチル、パラトルエンスルホン酸ブチル、パラトルエンスルホン酸オクチル、パラトルエンスルホン酸フェニル等が好ましく用いられ、其中、ドデシルベンゼンスルホン酸チラブチルホスホニウム塩が最も好ましく使用される。

【0064】これらの失活剤の使用量はアルカリ金屬化合物及び／又はアルカリ土類金屬化合物より選ばれた前記重合触媒1モル当たり0.5～5.0モルの割合で、好みしくは0.6～1.0モルの割合で、更に好みしくは0.8～5.0モルの割合で使用する事が出来る。

〔0065〕これらの半活性剤は直接、または適当な溶剤に溶解又は分散させて溶液状態のボリカーボネットに添加、更練する。

〔0066〕また本願発明においては、本願発明の目的を損なわない範囲でポリカーボネートにその他の添加剤を添加することができる。

〔0087〕このような添加剤としては、例えば、加工安定剤、耐熱安定剤、酸化防止剤、光安定剤、紫外線吸収剤、金属不活性化剤、金属石墨類、連核剤、帶電防止剤、スリップ剤、アンチブロッキング剤、滑剤、難燃剤、離型剤、防黴剤、着色剤、防藻剤、天然油、合成油、ワックス、有機系充填剤、無機系充填剤、エポキシ化合物をあげることができる。

〔6068〕これらの内でも耐熱安定剤、紫外線吸収剤、離型剤、着色剤等が特に一般的に使用され、これらは2種以上組み合わせて使用することができる。

【6068】本願発明に用いられる加工安定剤、耐熱安定剤、酸化防止剤等の目的のためには、例えば、無機化合物、フェノール系安定剤、有機チオエーテル系安定剤、

〔0070〕光安定剤、紫外線吸収剤等としては、一般的的な紫外線吸収剤が用いられ、例えば、サリチル酸系紫外線吸収剤、ベンゾフェノン系紫外線吸収剤、ベンゾトリアゾール系紫外線吸収剤、シアノアクリレート系紫外線吸収剤等を挙げることができる。

【0071】離型剤としては一般的に用いられる離型剤を用いることができる。例えば、パラフィン類などの炭化水素系離型剤、ステアリン酸等の脂肪酸系離型剤、ステアリン酸アミド等の脂肪酸アミド系離型剤、ステアリルアルコール、ベンタエリスリトール等のアルコール系離型剤

剤、グリセリンモノステアレート等の脂肪酸エステル系離型剤、シリコーンオイル等のシリコーン系離型剤等を挙げることができる。

〔0072〕着色剤としては有機系や無機系の顔料や染料を使用することができます。

〔0073〕金属不活性化剤としては、例えばN<sub>2</sub>N<sub>2</sub>-(3-(3-チオジメチルアミノヒドロキシフェニル)プロピオニル)ヒドラシン等が、金属石鹼類としては例えばステアリン酸カルシウム、ステアリン酸ニッケル等が挙げられる。

【10074】帶電防止剤としては、例えば(3-ラウラミドブロビル)トリメチルアンモニウムメチルスルフエート等の第4級アンモニウム離系、アルキルホスフェート系化合物が挙げられる。

【0075】造綫剤としては、例えばジ(4-メーブチルフェニル)ホスホン酸ナトリウム、ジベンジリデンソルビトール、メチレンビス(2、4-ジメーブチルフェノール)アン滴滴ホスフェートナトリウム塩等のソルビトール系、リン酸塩系化合物が挙げられる。

(0076) 滑剤としては、例えばエルカ酸アミド、ステアリン酸モノグリセリド等が、難燃剤としては、例えばトリス(2-クロロエチル)ホスフェートなどの亜ハロゲンリン酸エステル類、ヘキサブロモシクロドデカノン、デカブロモフェニルオキサイドなどのハロゲン化物、三酸化アンチモン、五酸化アンチモン、水銀化アルミニウムなどの金属無機化合物類、これらの混合物等が挙げられる。

〔0077〕これらの添加剤は、直接に、または適当な溶剤またはポリマーに溶解または分散させて、あるいはマスターべレットとして、溶融状態のポリカーボネートに添加、混練する。このような操作を実施するのに用いられる設備特に制限は無いが、例えば2軸押出機等が好ましく、添加剤を溶液の形で供給する場合はプランジャーポンプ等の定量ポンプが用いられ、添加剤をマスターポリマーの形で供給する場合はサイドフィーダー等が一般に使用される。添加剤を溶剤に溶解または分散させた場合はペント付の2軸押出機が特に好ましく使用される。

1907.82

【実施例】以下実施例によって説明する。なお実施例中の%及び部は特に断らない限り重量%または重量部である。なお以下の実施例において得られたポリカーボネットの物性は以下のようにして測定した。

(色相) 日本電色工業(株) 製の Color and Color Difference Meter N D-1400 LD P を用いて Color ab を測定した。

（末締基構造） NMR測定法にて全末締基に対するの占末締基の割合（%）を求めた。  
 （固有粘度及び粘度平均分子量） 0.79/dLの塩化

し、次式により粘度平均分子量を求めた。

$$[\eta] = 1.23 \times 10^{-4} M^{0.77}$$

(0) 5  $\mu\text{m}$  以上の異物含有量) ベレット 4.0 g を塩化メチレン 2 l に溶解し、光散乱、遮断法にて異物量をカウントした。結果は個/  $\text{m}^3$  に換算した。

【0079】 [実施例 1] 次のような反応設備を使用して、芳香族ポリカーボネートの溶融縮合を実施した。

「芳香族ジヒドロキシ化合物の輸送」 SUS304 製でロータリーパルプを備え、粉体の芳香族ジヒドロキシ化合物をトンバッグから受入れる第 1 ホッパー。該ホッパー中の芳香族ジヒドロキシ化合物をニューマチック輸送するためのプロワーを備えた配管と、ニューマチック輸送された芳香族ジヒドロキシ化合物を受入れる第 2 ホッパーからなる芳香族ジヒドロキシ化合物の輸送・貯蔵設備を用いた。

【0080】ニューマチック輸送における芳香族ジヒドロキシ化合物と不活性気体の混合比は 1:2 であり、不活性気体の風速は、芳香族ジヒドロキシ化合物の混入部(第 1 ホッパーの出口)において 1.5 m/S とした。

【0081】また、ニューマチック輸送するための輸送媒体である窒素の酸素濃度は 0.8%、露点は -60 °C、0.5  $\mu\text{m}$  以上の異物含有量は 3200 個/  $\text{m}^3$  であった。

【0082】以上の設備、方法を用いて安息角 40° のブリル状のビスフェノール A をトンバッグから第 1 ホッパーに受け入れ、第 2 ホッパーへニューマチック輸送した結果、安息角が 4.6°、帶電量が 5 k ポルトの粉体状のビスフェノール A を得た。

【ポリカーボネートの製造】第 2 ホッパーから芳香族ジヒドロキシ化合物と溶融炭酸ジエステル貯槽から溶融状態の炭酸ジエステルを、それぞれ計量投入し加熱溶融・攪拌混合できるモノマー混合物調製槽と、初期重合槽に原料を連続的に定量供給することのできる原料ポンプと、重合触媒を調製するための触媒調製槽と、初期重合槽に触媒溶液を定量供給できる触媒ポンプと、初期重合槽で得られたブレボリマーを更に重合させ、所定重合度のポリマーを製造する為の後期重合槽を有する重合装置を用いて、連続的に溶融重合反応を実施した。後期重合槽に出た芳香族ポリカーボネートは、ギヤポンプによって 2 軸ルーラーに供給し、連続的にダイスより押出しストランドとした後、カッターによってベレットにした。

【0083】この設備において初期重合槽は、反応で発生するモノヒドロキシ化合物と原料である炭酸ジエステルを分離する為の逆流過濾槽を備えた精留塔を付設した内部に加熱コイルを有するジャケット付き壁面攪拌槽であり、初期重合槽で得られた反応液を後期重合槽に連続的に供給するためのギヤポンプを備えた配管によって後期重合槽に接続されていた。

【0084】後期重合槽は、精留塔は有していない壁面攪拌槽であり、ジャケットが全体に付設されていた。

【0085】溶融縮合は次の運転条件で実施した。芳香族ジヒドロキシ化合物として上述のようにニューマチック輸送し、第 2 ホッパーに貯蔵されたビスフェノール A を使用し、炭酸ジエステルとして溶融状態のジフェニルカーボネートを用いた。

【0086】まず、ジフェニルカーボネートとビスフェノール A をモル比でジフェニルカーボネート/ビスフェノール A = 1.01 となるようにモノマー混合物調製槽に供給し、攪拌混合、溶解した。

【0087】重合触媒としては、ビスフェノール A のジナトリウム塩を用いた。触媒は、触媒調製槽において、触媒濃度が 3.0  $\mu\text{g}/\text{m}^3$  となるように、フェノール/水 = 9.0 / 1.0 重量% の混合液に溶解した。

【0088】初期重合槽へ原料を連続供給しつつ、触媒溶液を原料中のビスフェノール A 1 モル当たりビスフェノール A のジナトリウム塩が 1  $\mu\text{g}$  当量となるように供給し、連続溶融重合を実施した。

【0089】各重合槽の運転条件は、初期重合槽が、内温 25.0 °C、真空度 4 KPa (3.0 Torr)、後期重合槽が、27.0 °C、真空度 6.7 Pa (0.5 Torr) であった。

【0090】運転時間は、連続 600 時間であった。ポリカーボネートのサンプルは、1 回 / 100 時間の頻度で後期重合槽出口で採取し、品質評価した。結果を表 1 に示した。また、第 2 ホッパーからモノマー混合物調製槽へのビスフェノール A の移送は運転期間を通して安定に操作可能であり、運転終了後の点検においても該移送配管のビスフェノール A の付着は僅かであった。

【0091】 [比較例 1] 実施例 1 の装置において、ニューマチック輸送におけるビスフェノール A と窒素の混合比は 2 であり、窒素の風速は、芳香族ジヒドロキシ化合物の混入部(第 1 ホッパー出口)において 4.5 m/S とした。

【0092】また、ニューマチック輸送するための輸送媒体である窒素の酸素濃度は 5.0%、露点は 0 °C、0.5  $\mu\text{m}$  以上の異物含有量は 2850.0 個/  $\text{m}^3$  であった。

【0093】以上的方法を用いて実施例 1 と同じビスクフェノール A を第 1 ホッパーから第 2 ホッパーへニューマチック輸送した結果、安息角が 5.5°、帶電量が 2.50 k ポルトの粉体状のビスフェノール A を得た。

【0094】該芳香族ジヒドロキシ化合物を用いた以外は、実施例 1 と同じ装置、同じ運転条件で 600 時間の連続運転を実施した。

【0095】ポリカーボネートのサンプルは、1 回 / 100 時間の頻度で後期重合槽出口で採取し、品質評価した。結果を表 1 に示した。

【0096】尚、第 2 ホッパーからモノマー混合物調製槽へのビスフェノール A の移送は不安定であり間歇的な移送が生じた。また、該移送配管の阻塞も頻発し、毎日

の点検、清掃が不可欠であった。

【0097】

\*【表1】

\*

	分析項目	100hr	200hr	300hr	400hr	500hr	600hr
実験例1	分子量	16200	16100	16100	16200	16100	16200
	OH末端率	18	18	19	17	18	18
	ω値	-0.6	-0.5	-0.5	-0.6	-0.6	-0.5
	0.6μm以上の異物(個/g)	1428	1618	1896	1367	1452	1367
比較例1	分子量	16300	16100	16600	16200	16300	16200
	OH末端率	15	18	24	19	22	17
	ω値	-0.2	-0.4	-0.1	-0.5	-0.3	-0.3
	0.6μm以上の異物(個/g)	5269	3933	4630	5824	3751	4438

【0098】

【発明の効果】芳香族ジヒドロキシ化合物の、配管での輸送における安息角の増加を一定値以下に抑え、帶電量を一定値以下に抑え、輸送媒体である不活性気体の速度※

※と搬送される原料との比を特定の数値範囲内に制御することで移送配管での原料の付着が少なくモルバランス管理が容易となり、品質の優れたポリカーボネートを効率良く製造することが出来る。

フロントページの続き

(72)発明者 佐藤 透

山口県岩国市日の出町2番1号 常人株式  
会社岩国研究センター内

(72)発明者 佐々木 勝明

山口県岩国市日の出町2番1号 常人株式  
会社岩国研究センター内

Fターム(参考) 4H029 A009 A004 A001 8B03A  
8B04A 8B05A 8B08A 8B09A  
8B10A 8B11A 8B12A 8B13A  
HK02 HK03 HK04 HK05 JA091  
JA121 JA161 JA201 JA361  
JB171 JC021 JC091 JF021  
JF031 JF041 JF141 JF151  
JP161 KA00 KB01 KE02  
KE03 LE01